

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 56-100865

(43)Date of publication of application : 13.08.1981

(51)Int.Cl. C09C 1/62
 C09C 3/12
 // C09D 5/40
 C09D 7/12

(21)Application number : 55-003402

(71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 16.01.1980

(72)Inventor : ISHIJIMA SHIZUO
 IMAZATO YASUNOBU

(54) NEW METAL POWDER PIGMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a metal powder pigment having excellent performance as a metallic pigment for electrostatic coating as well as a high insulation resistance by treating a flaky metal powder pigment with a specific aminosilane compound.

CONSTITUTION: A flaky metal powder pigment, obtained by grinding the small pieces or granule powder of a metal with a grinding aid by means of a stamp mill or ball mill, is surface-treated with at least 0.05% (based on the metal content of the pigment) a aminosilane compound of the formula (where (m) and (n) are each 1W5 and R1, R2, and R3 are each C1WC4 alkyl or alkenyl group) to obtain an objective metal powder pigment. The compound of the formula includes preferably N-β-(aminoethyl) γ-aminopropylmethyldimethoxysilane, N-β-(aminoethyl) γ-aminopropyldimethoxysilane, etc., and also the preferred method of surface-treatment for the metal powder pigment is kneading method in wet condition, agitation method in a slurrydispersed condition, etc.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—100865

⑪ Int. Cl.³ 識別記号 庁内整理番号
C 09 C 1/62 7016—4 J
3/12 7016—4 J
// C 09 D 5/40 7167—4 J
7/12 6779—4 J

⑬ 公開 昭和56年(1981)8月13日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 新規な金属粉末顔料

⑮ 特 願 昭55—3402
⑯ 出 願 昭55(1980)1月16日
⑰ 発 明 者 石嶋静夫
富士市鮫島2番地の1旭化成工
業株式会社内

⑱ 発 明 者 今里安信
富士市鮫島2番地の1旭化成工
業株式会社内
⑲ 出 願 人 旭化成工業株式会社
大阪市北区堂島浜1丁目2番6
号
⑳ 代 理 人 弁理士 星野透

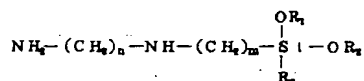
明 細 書

1. 発明の名称

新規な金属粉末顔料

2. 特許請求の範囲

(1) 鱗片状金属粉末顔料を次の一般式



(ただし、 a 、 b は1～5の整数、 R_1 、 R_2 、 R_3 は夫々炭素数1～4のアルキル基及びアルケニル基を表わす)

で示されるアミノシラン化合物で処理してなる鱗片状金属粉末顔料組成物。

(2) 鱗片状金属粉末顔料の金属分に対し少なくとも0.05%のアミノシラン化合物で処理した特許請求の範囲第1項記載の鱗片状金属粉末顔料組成物。

(3) アミノシラン化合物がN-β(アミノエチル)γ-アミノプロピルメチルジメトキシシランである特許請求の範囲第1項又は第2項記載の鱗片状金属粉末顔料組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、絶縁抵抗の大きい鱗片状金属粉末顔料組成物に関する。更に詳しくは、鱗片状金属粉末顔料を後述するアミノシラン化合物で処理することにより得られる絶縁抵抗が極めて高く、静電塗装用メタリック顔料として優れた性能を示す鱗片状金属粉末顔料組成物に関する。

鱗片状金属粉末顔料組成物は、メタリック塗料の顔料として用いられる。数種の鱗片状金属粉末顔料組成物を塗膜形成用樹脂及び溶剤からなる展色剤中に分散してなるメタリック塗料は、キラキラと輝いた所謂スパークリング効果を伴う独特な仕上り外観を呈する塗膜を与える塗料で、主に乗用車、ワゴン、電気機器、精密機器等の塗料として用いられ、高級感につながる商品の機能外品質を高める重要な役目を果たす塗料である。

メタリック塗料に用いられるこの鱗片状金属粉末顔料組成物は、金属の細片又は粒状粉を機械的方法、例えばスタンプミル法、乾式ボールミル法(Hamberg法)、湿式ボールミル法(Hall法)、ア

トライター法、振動ボールミル法等により数多の磨砕助剤とともに磨砕して造られている。この磨砕助剤は磨砕助剤としての機能と同時に鱗片状金属粉末顔料の表面処理剤としての役割を果たし、顔料の分散性、物性に影響するものである。この磨砕助剤としては従来から、脂肪酸、脂肪族アミン等がよく使用され、またその他に、脂肪族アルコール、脂肪酸アミド、脂肪酸金属塩等が知られている。しかし、顔料の分散性や物性上の理由で脂肪酸や脂肪族アミンのごく一部のものを以外は実際に使用されていないのが現状である。先に本発明者らは、これらの磨砕工程において磨砕助剤を種々変化させて、絶縁抵抗値が $100\text{M}\Omega$ 以上の高い金属粉末顔料を得、同時に絶縁抵抗値が $100\text{M}\Omega$ 以上の鱗片状金属粉末顔料組成物を使用すると、静電塗装が可能になるという新しい知見を得た。

本発明は更に絶縁抵抗が高く静電塗装用顔料として極めて優れた鱗片状金属粉末顔料を提供するものである。

ここで静電塗装について簡単に説明すると、こ

- 3 -

ただし、 m 、 n は1~5の整数であり、 R_1 、 R_2 、 R_3 はそれぞれ炭素数1~4のアルキル基およびアルケニル基を表わす。

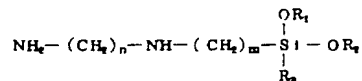
本発明を更に詳しく説明すると、本発明の金属粉末顔料は鱗片状であり、通常幾何学径約 $5\sim 50\mu$ に対する厚さの比率が約 $\frac{1}{50}\sim \frac{1}{250}$ のものである。このような鱗片状金属粉末顔料は前述の機械的方法で磨砕助剤とともに磨砕して造られたもので、磨砕助剤を含んだものである。このようにして得られた鱗片状金属粉末顔料を用意し、該鱗片状金属粉末顔料に前述の一般式で示されるアミノシラン化合物で表面処理を行なう。この表面処理は、該鱗片状金属粉末顔料を均一に処理するものでなければならぬ。一般に均一に表面処理を行なう方法として、種々の方法が知られているが、ここではウェット状態での混練法、スラリー分散状態での攪拌法が適している。この処理は有機溶剤中たとえばミネラルスピリットなどの石油系溶剤中で行なわれる。この時少量の水分の存在は触媒効果を示すので好ましいことである。

- 5 -

の静電塗装は、数万から10万ボルト程度の高電圧を塗料に印加し、塗料粒子に静電気を帯びさせることにより、被塗物への塗料の塗着効率を高くするもので、通常のエアースプレーに比べて塗料の使用量が少なくすみ、塗料の節約となることが大きな利点の一つである。ところが、メタリック塗料の場合は、静電誘化時に数万ボルト以上という高電圧がかけられる際に、含まれている金属粉末顔料の導電性により、塗装機全系にこの印加電流が流れるため静電塗装は採用し得ない。

本発明の目的は静電塗装に用い得る絶縁抵抗の極めて高い鱗片状金属粉末顔料を提供することである。

すなわち本発明は、鱗片状金属粉末顔料を次の一般式で示されるアミノシラン化合物で処理した鱗片状金属粉末顔料に関するもので、該鱗片状金属粉末顔料は静電塗装法におけるメタリック塗料の前述の欠点をなくするものである。



- 4 -

本発明においてアミノシラン化合物の量は、鱗片状金属粉末顔料の比表面積によつて異なるが、鱗片状金属粉末顔料に対し、少なくとも0.05%必要である。0.05%未満では、金属粉末顔料に対する絶縁効果が得られない。処理時間は絶縁被膜が得られるのに十分な時間とする。

スラリー分散状態での攪拌法によつて得られた本発明の鱗片状金属粉末顔料を含むスラリーは、過剰の溶剤を戸過して静電塗装用メタリック塗料用顔料となる。

本発明で使用される前述のアミノシラン化合物には、 $N-\beta$ (アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 $N-\beta$ (アミノエチル) γ -アミノプロピルエチルジエトキシシラン、 $N-\beta$ (アミノプロピル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 $N-\beta$ (アミノプロピル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 $N-\beta$ (アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシランなどがある。

本発明は、種々の鱗片状金属粉末顔料に適用さ

- 6 -

れ、特にアルミニウム、銅、亜鉛、鉛、真鍮、鉄、ニッケルなどの金属および合金に適用される。

本発明で得られた鱗片状金属粉末顔料は次のような方法で評価することにより従来の鱗片状金属粉末顔料との差が明らかとなる。一つは、現実的に鱗片状金属粉末顔料を含むメタリック塗料の絶縁破壊電圧を測定する方法である。すなわち、数万ボルト以上の電圧に耐えられるメタリック塗料は静電塗装が可能となる。塗料は、第1表に示す

第 1 表 塗料配合

鱗片状金属粉末顔料 (100%)	20 部
※1 アクリル・メラミン樹脂	300 部
トルエン	360 部
合 計	680 部
※1...アクリル樹脂：市販のアクリル樹脂（粘度36.2 ストークス、不揮発分50%） メラミン樹脂：市販のメラミン樹脂（粘度5スト ークス、不揮発分50%） 上記樹脂をアクリル/メラミン=7/3に配合したもの	

ように配合する。この塗料の粘度はフオードカッ
プ #4 で14秒 (20℃) を示す。この塗料をガラス

- 7 -

けて低電圧超絶縁計を用いて、20℃、65%Rhで測定する。すなわち、この絶縁抵抗値が、従来のものは20 MΩ- ∞ ぐらいに対し、本発明は1000 MΩ- ∞ 以上という高い値を示す。

以下に本発明の代表的実施例について示す。

実施例1

市販のノンリーフイングタイプアルミペースト M 801 (旭化成工業 K.K. 製) 100g (金属粉65%) を1Lのビーカーにとり400 mlのミネラルスピリットに分散しスラリーとする。このスラリーを攪拌し、これに、1.95gのN- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン (信越化学工業 K.K. 製; KBM 602) 加え、更に水3滴を添加し、8時間攪拌した。このスラリーから過剰のミネラルスピリットを戸過して取り除き、金属分65%の鱗片状アルミニウム粉末顔料ペーストを得た。この鱗片状アルミニウム粉末顔料ペーストを前述第1表のごとく塗料配合し絶縁破壊電圧を測定したところ5万ボルトであつた。また、ペーストの絶縁抵抗値は5000 MΩ- ∞ であつた。

- 9 -

管 (内径33 ϕ 、長さ450 mm) に入れ銅線 (1 ϕ ϕ) の先を10 mm だしたシリコンゴム栓でふたをし、一方にマイクロアンメーターを通してアースし、他方を高電圧発生装置に接続し、5,000 ボルトの直流電圧を30秒かける。この時、マイクロアンメーターの針のふれに注意する。針が大きくふれた時は通電を示す。通電しない時は10秒間おいて更に5,000 ボルトずつ同様に電圧を上げていき、60,000 ボルトまで試験を行なう。マイクロアンメーターの針が大きくふれた時の電圧を読み、その時その塗料の絶縁破壊電圧とする。すなわち、この絶縁破壊電圧が高いもの程、静電塗装に適したものとなる。従来のものは2万ボルト以下という絶縁破壊電圧であるのに対し、本発明のものは、それ以上の値を示す。さらにもう一つは、絶縁抵抗値を測定する方法である。1 \times 10⁸ MΩ 以上の固有抵抗値を有する有機溶剤、例えばミネラルスピリットを用いて鱗片状金属粉末顔料を金属粉65 \pm 2重量%含有するペーストを作成し、該ペーストを3 mm 厚さに銅板の間に挟み50ボルトの電圧をか

- 8 -

実施例2～9

実施例1と同様に第2表に示すような処理を行ない鱗片状アルミニウム粉末顔料ペーストを得た。実施例2～9が本発明であり、従来品の比較例と比較しても絶縁破壊電圧、絶縁抵抗値とも高いものである。

(以下余白)

- 10 -

表 2

	処 理 法					絶縁破壊電圧 (V)	絶縁抵抗値 (MΩ-cm)	
	使用アルミ(金属分) ペースト 65%	ミネラル スピリット	KBM-602		処理時間 (sec.)			
			品 種	量 (%)				
本 発 明	実施例2	M-80/1 (旭化成)	100	3.25	5	10	70,000	
	実施例3	M-40/1 (旭化成)	100	"	1.95	3	10	58,000
	実施例4	ME-10 (旭化成)	100	"	1.3	2	8	61,000
	実施例5	ME-12 (旭化成)	100	"	0.65	1	8	58,000
	実施例6	MF-20/1 (旭化成)	100	"	0.065	0.1	10	22,500
	実施例7	M-60/1 (旭化成)	100	"	1.95	3	6	8,400
	実施例8	MF-20 (旭化成)	100	"	1.95	3	3	3,300
	実施例9	66NL (旭化成)	100	"	1.95	3	10	1,200
	比較例1	M-80/1 (旭化成)	未処理	未処理	未処理	未処理	1.5万	18
比較例2	ME-10	未処理	未処理	未処理	未処理	2万	1.5	
比較例3	66NL	未処理	未処理	未処理	未処理	2万	10	

- 11 -

以上であり、絶縁抵抗値は50,000 MΩ-cmであつた。

実施例12

市販のリーフイングタイプアルミペースト^{4/62}
(旭化成工業K.K.製) 100 g (金属分65%)を
実施例1と同様に8時間処理して本発明の鱗片状
アルミニウム粉末顔料ペーストを得た。絶縁破壊電
圧は5万ボルトであり、絶縁抵抗値は24,000 MΩ-
cmであつた。

実施例13

市販のノンリーフイングタイプアルミペースト
M-801 (旭化成工業K.K.製) 500 g (金属分65%)
を混練機に入れ、これにN-β (アミノエチル)
γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン10 g
を添加し8時間混練し本発明の鱗片状アルミニウ
ム粉末顔料ペーストを得た。絶縁破壊電圧は6万
ボルト以上であり、絶縁抵抗値は15,000 MΩ-cmで
あつた。

実施例14

粒状金属アルミニウム (粒度特性数 $d' = 60 \mu$)
700 g、ステアリン酸アミド30 g、ミネラルスピ

実施例10

粒状金属アルミニウム (粒度特性数 $d' = 60 \mu$)
700 g、ステアリンアミン30 g、ミネラルスピリ
ット700 mlと直径5 mmの鋼球35 kgを装入した鋼
球ボールミル (容量25 L、内径300 mm、長さ
350 mm) を毎分58回転で6時間粉碎し、5 Lのミ
ネラルスピリットでボールミルから取り出し、40
μの湿式ふるいにて篩分けし、このスラリーに、
14 gのN-β (アミノエチル) γ-アミノプロピ
ルメチルジメトキシシラン14 gを添加し、さらに
水5滴を加え7時間攪拌した。このスラリーから
過剰のミネラルスピリットを取り除き、金属粉65
%の本発明の鱗片状アルミニウム粉末顔料ペース
トを得た。絶縁破壊電圧は6万ボルト以上であり、
絶縁抵抗値は30,000 MΩ-cmであつた。

実施例11

市販の鱗片状ブロンズ粉末顔料 FINE-LINING-
AT (ECKART-WERKE社製) 100 gを実施例1と同
様に12時間処理して本発明の鱗片状ブロンズ粉末
顔料ペーストを得た。絶縁破壊電圧は6万ボルト

リット700 mlと直径5 mmの鋼球35 kgを装入した
鋼製ボールミル (容量25 L、内径300 mm、長さ
350 mm) を毎分58回転で6時間粉碎し、5 Lのミ
ネラルスピリットでボールミルから取り出し、40
μの湿式ふるいにて篩分けし、更に濾過して金属
分70%の鱗片状アルミニウム粉末顔料を得た。更
にこれを100 g/Lのビーカーにとり、実施例1と
同様に9時間処理を行ない、本発明の鱗片状アル
ミニウム粉末顔料ペーストを得た。絶縁破壊電圧
は6万ボルト以上、絶縁抵抗値は100,000 MΩ-cm
であつた。

以上のようにして得られた本発明の鱗片状金属
粉末顔料を静電塗装用金属粉末顔料として使用し
たところ、従来不可能であつた静電塗装が可能と
なつた。

特許出願人 旭化成工業株式会社

代理人 弁理士 星 野 浩

- 13 -

- 14 -

手 続 補 正 書 (自 発)

昭和55年3月19日

特許庁長官 川 原 能 雄 殿

1. 事件の表示

昭和55年 特 許 願 第 3402 号

2. 発明の名称

新規な金属粉末顔料

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
 (003) 旭化成工業株式会社
 氏 名 (名称) 代 表 者 宮 崎 輝

4. 代 理 人

住 所 東京都新宿区四谷3丁目7番地かつ新ビル5B
 郵便番号160 電話 03-359-8530
 氏 名 (7534) 井 理 士 星 野 透

5. 補正命令の日付 なし

6. 補正により増加する発明の数 なし

7. 補 正 の 対 象

明細書の「発明の詳細な説明の欄」

8. 補 正 の 内 容 (別紙の通り)

補 正 の 内 容

明細書の記載を次のとおり補正する。

(1) 第9頁8行目

「(金属粉65%)」を「(金属分65%)」と訂正する。

(2) 第12頁5行目

「球ボールミル」を「製ボールミル」と訂正する。

(3) 第14頁7行目

「これを100g/Lの」を「研られた鱗片状アルミニウム粉末顔料100gを1Lの」と訂正する。

特許出願人 旭化成工業株式会社

代理人 井理士 星 野 透